

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-260809

(43)Date of publication of application : 24.09.1999

(51)Int.Cl.

H01L 21/31  
H01L 21/316  
H01L 21/768

(21)Application number : 10-078395

(71)Applicant : TOKYO ELECTRON LTD

(22)Date of filing : 11.03.1998

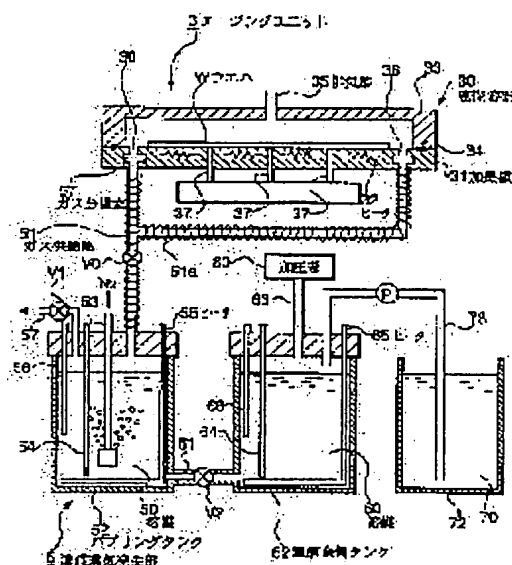
(72)Inventor : TAKESHITA KAZUHIRO  
NAGASHIMA SHINJI  
KATAYAMA TAKASHIGE  
MIZUTANI YOJI

## (54) COATING FILM PROCESSOR

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To coat a semiconductor wafer with coating liquid distributed in the colloid of for example, tetraethoxysilane(TEOS) to heat colloid in a coating film, making it into a gel and suppressing the evaporation of a solvent component at a gelling process and to make a film whose film thickness is uniform for obtaining the interlayer insulating film constituted of a silicon oxide film.

**SOLUTION:** Vapor whose solvent component becomes close to saturation at a temperature which is slightly higher than the temperature of a sealed vessel 30, for example, ethylene glycol is generated from a heating bubbler adjusted to a prescribed temperature, and it is formed into a heating plate 31 heating the sealed vessel 30. Vapor is led to a gas distribution room 57 of a temperature atmosphere similar to that in the sealed vessel 50. Thus, a quantity equivalent to the supersaturation of the solvent component in vapor is made to condense, then, vapor in which the solvent component is saturated at the temperature of the sealed container 30 is obtained.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

20.12.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3158276

[Date of registration]

16.02.2001

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-260809

(43) 公開日 平成11年(1999) 9月24日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

H 0 1 L 21/31  
21/316  
21/768

H 0 1 L 21/31  
21/316  
21/90

A  
G  
P  
K

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平10-78395

(22) 出願日 平成10年(1998) 3月11日

(71) 出願人 000219967

東京エレクトロン株式会社  
東京都港区赤坂5丁目3番6号

(72) 発明者 竹下 和宏

熊本県菊池郡菊陽町津久礼2655番地 東京  
エレクトロン九州株式会社熊本事業所内

(72) 発明者 永嶋 慎二

熊本県菊池郡菊陽町津久礼2655番地 東京  
エレクトロン九州株式会社熊本事業所内

(72) 発明者 片山 恭成

熊本県菊池郡菊陽町津久礼2655番地 東京  
エレクトロン九州株式会社熊本事業所内

(74) 代理人 弁理士 井上 俊夫 (外1名)

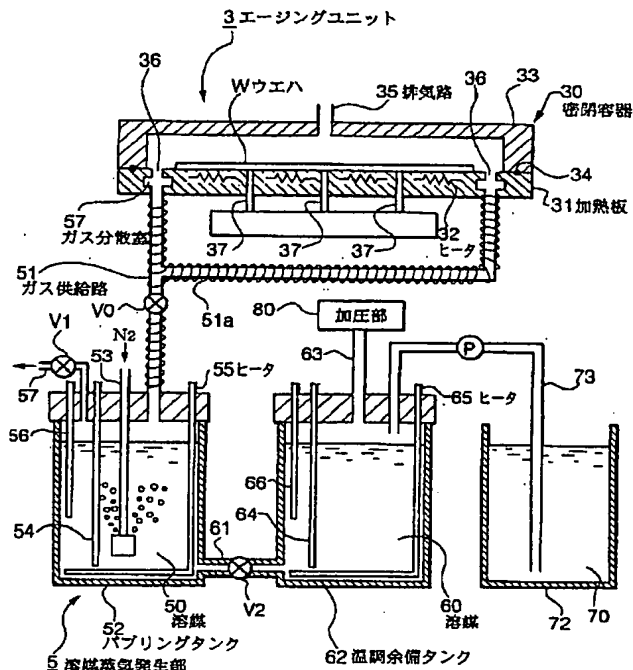
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 塗布膜処理装置

(57) 【要約】

【課題】 例えばTEOS (テトラエトキシシラン) のコロイドを溶媒に分散させた塗布液を半導体ウエハに塗布し、次いで塗布膜中のコロイドを加熱してゲル化し、シリコン酸化膜よりなる層間絶縁膜を得る場合に、ゲル化工程時における溶媒成分の蒸発を抑えて膜厚の均一な膜とすること。

【解決手段】 密閉容器30の温度よりも若干高い温度で溶媒成分が飽和に近い状態になった例えばエチレングリコールの蒸気を、所定温度に調整された加熱パブラーから発生させ、密閉容器30を加熱する加熱板31内に形成され、密閉容器30内とほぼ同じ温度雰囲気中のガス分散室57に前記蒸気を導入することにより蒸気内の溶媒成分の過飽和に相当する量を結露させて、密閉容器30の温度で溶媒成分が丁度飽和してなる蒸気を得る。



**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 成膜成分の出発物質の粒子またはコロイドを溶媒に分散させた塗布液が表面に塗布された基板に対して、塗布膜中の前記粒子またはコロイドをゲル化するための塗布膜処理装置において、前記基板が収容される密閉容器と、この密閉容器内を加熱する加熱手段と、前記密閉容器内に前記溶媒の成分の蒸気を供給するためのガス供給路と、前記密閉容器内のガスを排気するための排気路と、前記密閉容器の器壁内におけるガス供給路の途中に設けられると共に、前記ガス供給路内のガスを密閉容器内に分散して供給するように密閉容器内に開口した複数のガス供給口を有し、密閉容器内とはほぼ同じ温度に温度調整されたガス分散室と、このガス分散室内の温度よりも若干高い温度に加熱され、密閉容器内の温度で飽和蒸気になるだけの量を含む溶媒の成分の蒸気を発生する溶媒蒸気発生部と、を備えたことを特徴とする塗布膜処理装置。

【請求項2】 密閉容器は基板を載置して加熱するための加熱板を備え、ガス分散室は加熱板の中に形成されたことを特徴とする請求項1記載の塗布膜処理装置。

【請求項3】 成膜成分の出発物質の粒子またはコロイドを溶媒に分散させた塗布液が表面に塗布された基板に対して、塗布膜中の前記粒子またはコロイドをゲル化するための塗布膜処理装置において、前記基板が収容される密閉容器と、この密閉容器内を加熱する加熱手段と、前記密閉容器内に前記溶媒の成分の蒸気を供給するためのガス供給路と、前記密閉容器内のガスを排気するための排気路と、前記溶媒の成分の溶液を貯留し、この溶液をキャリアガスによりバブリングして溶媒の成分の蒸気を前記ガス供給路を介して密閉容器内に供給するための第1の貯留槽と、この第1の貯留槽内の溶液を所定温度に調整するための第1の温度調整手段と、前記第1の貯留槽内の溶液量が減少したときに当該第1の貯留槽内に前記溶液を補充するための第2の貯留槽と、この第2の貯留槽内の溶液を所定温度に調整するための第2の温度調整手段と、を備えたことを特徴とする塗布膜処理装置。

【請求項4】 溶媒の成分の蒸気は、エチレングリコールであることを特徴とする請求項1または2記載の塗布膜形成装置。

【請求項5】 ゲル化を促進するためのアルカリ性ガスを密閉容器内に供給するための手段を備えたことを特徴とする請求項1、2、3または4記載の塗布膜処理装置。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、例えば半導体ウエハなどの基板に塗布した塗布膜を処理するための装置に関する。

**【0002】**

【従来の技術】半導体デバイスの層間絶縁膜を形成する方法として、CVD法や熱酸化法などがあるが、その他にゾルゲル法と呼ばれている方法がある。この方法は、例えばTEOS（テトラエトキシシラン； $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4$ ）のコロイドをエチルアルコール溶液などの有機溶媒に分散させた塗布液を半導体ウエハ（以下単にウエハという）の表面に塗布し、その塗布膜をゲル化した後乾燥させてシリコン酸化膜を得る手法であり、特開平8-162450及び特開平8-59362号などに記載されている。

【0003】この方法における塗布膜の変性の様子を模式的に図7に示すと、まず塗布液をウエハに塗布したときにはTEOSの粒子あるいはコロイド100が溶媒200中に分散された状態になっており（図7（a）参照）、次いでこの塗布膜が例えば加熱されることによりTEOSが縮重合すると共に加水分解して塗布膜がゲル化し、TEOS300の網状構造が形成される（図7（b）参照）。そして塗布液中の水分を除去するために塗布膜中の溶媒を他の溶媒400に置き換え（図7（c）参照）、その後乾燥させてシリコン酸化膜の塗布膜が得られる。なお図7（c）に示す溶媒の置換工程では、水分を除去する目的他にエチルアルコールよりも表面張力の小さい溶媒を用いて、溶媒が蒸発するときにTEOSの網状構造体に大きな力が加わらないようにして膜の構造が崩れるのを抑える目的もある。

【0004】前記塗布液が塗布されたウエハを自然放置しておけばゲル化が進み、シリコン酸化膜の塗布膜が形成されるが、それには長い時間例えば一晩放置する必要があり、量産には適していない。このため本発明者は塗布膜のゲル化を促進するための手法の一つとして塗布膜を加熱することを検討している。

**【0005】**

【発明が解決しようとする課題】ところで塗布膜が形成されたウエハを例えば100℃程度に加熱してゲル化を行うと塗布膜から有機溶媒が蒸発してしまい所定の膜厚、膜質が得られなくなってしまう。そこで本発明者は密閉容器内にウエハを入れ、その密閉容器内に塗布膜の溶媒の成分例えばエチレングリコールの飽和蒸気を供給することにより塗布膜からエチレングリコールの蒸発を抑えることを検討している。

【0006】この場合、例えば100℃のエチレングリコールの飽和蒸気を発生させ、その蒸気を100℃の密閉容器内に100℃の状態で供給すれば、エチレングリコールの蒸発が抑えられる。しかしながら密閉容器に至

るまでの配管の途中でガスの温度が下がると結露して密閉容器内で飽和蒸気が得られなくなってしまう、ウエハからの溶媒の成分（この場合エチレングリコール）の蒸発が起こってしまうし、またエチレングリコールの飽和蒸気の温度が密閉容器内よりも高いと、その飽和蒸気の温度が密閉容器内で下がるので、結露してウエハに液滴が付着するおそれがある。ウエハに液滴が付着するとその部分の膜厚が変わってしまい、膜厚の均一性が低くなる。従って溶媒の成分の飽和蒸気の発生源の温度管理も含めて処理容器内で飽和蒸気の雰囲気を形成する工夫が必要になる。

【0007】本発明はこのような事情の下になされたものであり、その目的は、塗布膜中の粒子あるいはコロイドをゲル化するにあたり、塗布膜からの溶媒成分の蒸発を抑えることができ、予定している膜厚の薄膜例えば層間絶縁膜を得ることができる塗布膜処理装置を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、成膜成分の出発物質の粒子またはコロイドを溶媒に分散させた塗布液が表面に塗布された基板に対して、塗布膜中の前記粒子またはコロイドをゲル化するための塗布膜処理装置において、前記基板が収容される密閉容器と、この密閉容器内を加熱する加熱手段と、前記密閉容器内に前記溶媒の成分の蒸気を供給するためのガス供給路と、前記密閉容器内のガスを排気するための排気路と、前記密閉容器の器壁内におけるガス供給路の途中に設けられると共に、前記ガス供給路内のガスを密閉容器内に分散して供給するように密閉容器内に開口した複数のガス供給口を有し、密閉容器内とほぼ同じ温度に温度調整されたガス分散室と、このガス分散室内の温度よりも若干高い温度に加熱され、密閉容器内の温度で飽和蒸気になるだけの量を含む溶媒の成分の飽和蒸気を発生する溶媒蒸気発生部と、を備えたことを特徴とする。

【0009】この発明によれば、溶媒蒸気発生部からの溶媒の成分例えばエチレングリコールの飽和蒸気が、密閉容器内とほぼ同じ温度に調整されたガス分散室内で少し冷やされるので、確実に飽和蒸気となって密閉容器内に導かれ、従って塗布膜からの溶媒の蒸発が抑えられると共に蒸気が液滴になって基板に付着するおそれもない。この場合密閉容器は基板を載置して加熱するための加熱板を備え、ガス分散室は加熱板の中に形成された構成とすることができる。

【0010】他の発明は、成膜成分の出発物質の粒子またはコロイドを溶媒に分散させた塗布液が表面に塗布された基板に対して、塗布膜中の前記粒子またはコロイドをゲル化するための塗布膜処理装置において、前記基板が収容される密閉容器と、この密閉容器内を加熱する加熱手段と、前記密閉容器内に前記溶媒の成分の蒸気を供給するためのガス供給路と、前記密閉容器内のガスを

排気するための排気路と、前記溶媒の成分の溶液を貯留し、この溶液をキャリアガスによりバブリングして溶媒の成分の蒸気を前記ガス供給路を介して密閉容器内に供給するための第1の貯留槽と、この第1の貯留槽内の溶液を所定温度に調整するための第1の温度調整手段と、

前記第1の貯留槽内の溶液量が減少したときに当該第1の貯留槽内に前記溶液を補充するための第2の貯留槽と、この第2の貯留槽内の溶液を所定温度に調整するための第2の温度調整手段と、を備えたことを特徴とする。この発明によれば、溶媒の成分の溶液を高い精度で温度管理できるので、溶媒の成分の蒸気を所定温度に調整した状態で密閉容器内に導くことができる。なお以上の発明において、ゲル化を促進するためのアルカリ性ガスを密閉容器内に供給するようにしてもよい。

【0011】

【発明の実施の形態】図1は本発明に係る塗布膜処理装置を適用した塗布膜形成装置の一例の全体構成を概略的に示す平面図である。11は基板であるウエハの入出力ポートであり、カセットステージCSに置かれたカセットCから、搬送アーム12がウエハWを取り出して、メインアーム13に受け渡すように構成されている。メインアーム13の搬送路（ガイドレール）14の一方側には、塗布ユニット2、この実施の形態の主要部である塗布膜処理装置をなすエージングユニット3、及び溶媒置換ユニット4がこの順に並んで配列されている。前記搬送路14の他方側にも処理ユニットU1～U4が並んでおり、これら処理ユニットU1～U4については、塗布液を基板に塗布する前の疎水化処理、冷却処理、及び基板に塗布膜を形成した後の熱処理（ベーク処理）などを行うためのユニットが夫々割り当てられる。

【0012】この塗布膜形成装置を用いた実施の形態の作用について述べる。図2には、塗布膜形成処理の流れが順を追って模式的に示されている。カセットステージCSのカセットC内からメインアーム13により取り出された処理前のウエハWは塗布ユニット2内に収納される。そして塗布ユニット2内が例えば溶媒の蒸気で満たされた状態でウエハW表面に塗布液Tが滴下される（図2（a）参照）。ここで用いられる塗布液は、金属アルコキシドであるTEOSのコロイドあるいは粒子を、有機溶媒である例えばエチレングリコール及びエチルアルコールと更に水及び微量の塩酸とを含む溶媒に分散させたものである。エチレングリコールは塗布時の塗布液の粘度を最適な値に調整するため、及び蒸気圧の低いエチルアルコールが蒸発した後も溶媒として残って（エチレングリコールは蒸気圧が高いため）膜減りを抑えるためなどの役割がある。

【0013】続いて塗布ユニット2内が溶媒蒸気で満たされたままウエハWが高速で回転され、TEOSのゾルが溶媒に分散された塗布液がウエハ表面に伸展して塗布膜Fが形成される（図2（b）参照）。次いでウエハW

はエージングユニット3の加熱板31上に載置され、蓋33により密閉される。その際ウエハWは加熱板31により所定の温度（例えば100℃程度）に加熱される。そしてエージングユニット3内に、塗布膜内の溶媒の蒸発を抑制するために溶媒の成分である例えばエチレングリコールの蒸気を導入して塗布膜をゲル化する（図2（c）参照）。

【0014】次いで、溶媒置換ユニット4においてエチルアルコール、HMDS（ヘキサメチルジシラン）及びヘプタンを用いて、ゲル化した塗布膜の溶媒置換を行う（図2（d）参照）。これにより塗布膜中の水分がエチルアルコールで置換される。またHMDSにより塗布膜中の水酸基が除去される。更に塗布膜中の溶媒がヘプタンに置き換えられる。なおヘプタンを用いる理由は、表面張力が小さい溶媒を用いることによりポーラスな構造体つまりTEOSの網状構造体に加わる力を小さくしてそれが崩れないようにするためである。その後ウエハWはベークユニットで例えば1分間ベーク処理される。こうしてウエハWの表面にシリコン酸化膜よりなる層間絶縁膜が形成される。

【0015】図3及び図4はそれぞれ前記エージングユニット（塗布膜処理装置）3の一例の概略図及びその内部の平面図を示している。図3に示すように、このエージングユニット3はウエハWが載置される加熱板31と、加熱板31に内蔵されたヒータ32からなる加熱手段と、加熱板31の周縁部にシール部材34を介して密接されて加熱板31とともに密閉される処理容器30を構成する蓋33と、蓋33の中央部に開口する排気路35とを備えている。なお蓋33にも加熱手段を設けることが好ましい。そして加熱板31の、その上に載置されるウエハWの周縁の外側に沿うように複数例えば15個のガス導入口36が点在して開口している（図4参照）。またエージングユニット3には加熱板31とその上方位置との間でウエハWを昇降させる例えば3本の昇降ピン37が設けられている。

【0016】加熱板31は、熱容量が大きくなるように構成されており、熱変換による温度変動ができるだけ起こらないようにされている。例えば加熱板31はアルミニウムにSiC等のセラミックスが被覆されてできおり、特に限定しないが例えば4cmの厚さを有している。これによって加熱板31はゲル化処理中ほぼ一定温度に保持される。

【0017】密閉容器30のガス導入口36には、密閉容器30内に供給する所定温度の溶媒蒸気を生成する加熱バブラーを備えた溶媒蒸気発生部5がガス供給路5.1を介して接続されている。ガス供給路5.1の途中には、複数のガス導入口36に均一に溶媒蒸気を供給するように加熱板31内にてガス分散室57が設けられている。このガス分散室57は、加熱板31上に載置されたウエハWの外周に沿うようにリング状に設けられており、例

えば溶媒蒸気発生部5側のガス供給路5.1が分岐されて、例えば容器30の直径方向に相対向する2か所でその分岐路が接続されている。（図4参照）。従ってガス分散室内の温度は加熱板31の温度、すなわちゲル化処理の温度と略同じになっている。また前記ガス供給路5.1にはバルブV0が介装されると共に加熱手段である例えばテーパーヒータ5.1aが巻装されている。

【0018】溶媒蒸気発生部5はエチレングリコール等の溶媒50を貯留するバブリングタンク（第1の貯留槽）52と、バブリングガス供給装置（図示省略）から供給されたN2等のキャリアガスを溶媒50に吹き込んでバブリングを行うためのバブリングガス供給管53と、溶媒50の水位を検知する水位センサ54と、溶媒50を所定温度、例えば密閉容器30の温度よりも若干高い温度になるように加熱するヒータ55と、そのヒータにより加熱された溶媒50の温度を検知する温度センサ56と、溶媒の補充時にタンク52内を大気に開放するためにバルブV1が介装された圧抜き管57とを備えている。

【0019】温度センサ56により検知された溶媒温度は図示しない制御部にフィードバックされ、その制御部によってヒータ55のオン・オフの切り替え制御が行われるようになっている。従ってヒータ55及び温度センサ56は第1の温度調整手段としての機能を有している。また水位センサ54により検知された溶媒水位も図示しない制御部にフィードバックされ、その制御部の制御に基づき後述するようにしてバブリングタンク52に溶媒が補充されるようになっている。

【0020】また溶媒蒸気発生部5には、中間に開閉バルブV2を備え溶媒の流通が可能な連通部6.1を介してバブリングタンク52に連通接続されてなる温調余備タンク（第2の貯留槽）6.2が設けられている。この温調余備タンク6.2は予備のエチレングリコール等の溶媒60を貯留しておくもので、温調余備タンク内を加圧する加圧部80に配管6.3を介して連通接続されている。バルブV2の開閉及び加圧部80の作動のオン・オフはそれぞれ前記制御部により制御されて切り替えられるようになっている。加圧手段は例えば温調余備タンク内に加圧空気を吹き込んでタンク内を加圧し、バブリングタンク52への溶媒の補充停時にタンク内の加圧空気を自然排気して加圧を解除するようになっている。

【0021】また温調余備タンク6.2はバブリングタンク52と同様に水位センサ6.4とヒータ6.5と温度センサ6.6とを備えている。ヒータ6.5及び温度センサ6.6は第2の温度調整手段としての機能を有しており、その温度調整手段と図示しない制御部により温調余備タンク内の溶媒60はバブリングタンク内の溶媒50と同じ温度に加熱保温される。また温調余備タンク内の溶媒60は、水位センサ6.4によりその水位が低下したことが検知されると、図示しない制御部の制御に基づいて、温調

余備タンク 6 2 に連通接続された補充タンク 7 2 から補充されるようになっている。なお図示していないが、温調余備タンク 6 2 にも圧抜き管が設けられている。

【0022】補充タンク 7 2 と温調余備タンク 6 2 は、ベリポンプ等のポンプ P を介して配管 7 3 により相互に連通接続されている。このポンプ P が図示しない制御部により駆動制御されることによってタンク内のエチレングリコール等の溶媒 7 0 が温調余備タンク 6 2 に供給される。

【0023】次に上記構成のエージングユニット 3 の作用について述べる。まず塗布ユニット 2 から搬送されたウエハ W が加熱板 3 1 に載置されると、蓋 3 3 が閉じられる。その際塗布膜のゲル化を促進するため、ウエハ W はヒータ 3 2 により例えば 100℃前後に加熱される。一方バブリングタンク内の溶媒 5 0 はヒータ 5 5 及び温度センサ 5 6 により密閉容器内の温度、すなわちウエハ W とほぼ同じ温度（例えば 100℃前後）よりも若干高い温度となるように加熱保持されている。ここでいう「若干高い温度」とは、密閉容器内よりも例えば 1℃～5℃だけ高い温度であり、あまり高過ぎると、ガス分散室 5 7 にて降温しきれずに密閉容器内に供給され、そこで降温して結露してしまう。

【0024】そしてバブリングタンク内に貯留された溶媒 5 0 にバブリングガス供給管 5 3 を介して N<sub>2</sub> 等のキャリアガスが吹き込まれる。それによって密閉容器内とほぼ同じ温度（例えば 100℃前後）よりも若干高い温度  $t_1$ ℃の溶媒成分の蒸気が発生する。この溶媒成分の蒸気は、密閉容器内の温度例えば 100℃で飽和になる分の蒸気を含んでいけばよく、 $t_1$ ℃で飽和蒸気とまでいかなくとも（バブリングで完全な飽和蒸気を得ることは難しい）、エチレングリコールの相対湿度が 100%に近い状態であればよい。そしてこの蒸気はガス供給路 5 1 を通り、ガス供給路 5 1 に巻装されたヒータ 5 1 a により前記温度  $t_1$ ℃に維持されて、加熱板 3 1 の内部に設けられたガス分散室 5 7 へ送られる。

【0025】ガス分散室 5 7 に流入する溶媒成分の蒸気の温度は上述したようにガス分散室 5 7 の温度よりも若干高いため、その蒸気はガス分散室内で多少冷却されて過飽和状態となる。またガス分散室 5 7 の温度は密閉容器 3 0 の温度とほぼ同じであるため、ガス分散室 5 7 において過飽和状態となった溶媒成分の蒸気は場合によってはガス分散室内で結露を生じ、密閉容器 3 0 の温度で溶媒成分が飽和したあるいは飽和に近い蒸気となる。そして密閉容器 3 0 の温度で飽和したあるいは飽和に近い溶媒蒸気が密閉容器内に導入されることとなるので、密閉容器 3 0 の内部では溶媒成分の結露は発生しない。

【0026】またガス分散室 5 7 において溶媒成分の蒸気が分散されるので、上述したようにリング状のガス分散室 5 7 の周に沿って設けられた複数のガス導入口 3 6 から均一に密閉容器内に溶媒成分の蒸気が導入される。

【0027】バブリングタンク内の溶媒 5 0 が減って水位の低下が水位センサ 5 4 により検知されると（図 5

（a）参照）、図示しない制御装置によりバブリングタンク 5 2 と温調余備タンク 6 2 をつなぐ連通部 6 1 のバルブ V が開かれるとともに、加圧部 8 0 が作動されて温調余備タンク内が加圧される。それによって温調余備タンク内の溶媒 6 0 が連通部 6 1 を通ってバブリングタンク内に補充される（図 5（b）参照）。そしてバブリングタンク内の溶媒 5 0 の水位が所定の水位に達すると、そのことが水位センサ 5 4 により検知され、図示しない制御装置により連通部 6 1 におけるバルブ V が閉じられるとともに、加圧部 8 0 の作動が停止されてバブリングタンク 5 0 への溶媒の補充が停止される。バルブ V が閉じ、加圧部 8 0 が停止した後温調余備タンク内の加圧空気は自然排気される。

【0028】この実施の形態のようにバブリングタンク内の溶媒 5 0 の水位が水位センサ 5 4 を用いて常に高い位置で一定になるように制御されていない場合には、N<sub>2</sub> 等のキャリアガスのバブリングによって溶媒 5 0 に生じた泡が溶媒内に滞留する時間が短くなり、その泡内の溶媒成分の濃度は飽和せずに低くなってしまう。これを防ぐために本実施の形態は、上述したようにバブリングタンク内の溶媒 5 0 の水位が常に高くなるように制御されており、それによってバブリングによって生じた泡が十分に溶媒と接触するようにされている。

【0029】ここで温調余備タンク内の溶媒 6 0 は予めヒータ 6 5 及び温度センサ 6 6 によってバブリングタンク内の溶媒 5 0 と同じ温度に加熱保持されているため、温調余備タンク 6 2 からバブリングタンク 5 0 へ溶媒が補充されたことによってバブリングタンク内の溶媒 5 0 の温度が下がることはない。

【0030】この実施の形態では上述したようにバブリングタンク 5 0 への溶媒補充時に溶媒温度が低下しないように制御されているが、そうならない場合には、溶媒補充によってバブリングタンク内の溶媒 5 0 の温度が一時的に低下してしまう。その下がった温度で N<sub>2</sub> 等のキャリアガスに飽和した溶媒成分の蒸気がそれよりも高温のガス分散室 5 7 及び密閉容器 3 0 の温度まで上昇した時には、密閉容器の温度で飽和した溶媒蒸気は得られなくなってしまう。これを防ぐために本実施の形態では、上述したようにヒータ 6 5 及び温度センサ 6 6 により温調余備タンク 6 2 もバブリングタンク 5 2 と同じ温度に加熱保持されるようになっている。なお温調余備タンク 6 2 を所定温度に加熱する代わりに、温調余備タンク 6 2 とバブリングタンク 5 2 とをつなぐ連通部 6 1 においてそこを流れる溶媒をヒータ等によりバブリングタンク 5 2 と同じ温度に加熱するにしてもよい。

【0031】また温調余備タンク内の溶媒 6 0 が減って水位の低下が水位センサ 6 4 により検知されると、図示しない制御装置により温調余備タンク 6 2 と補充タンク

72をつなぐ連通部（配管73）の途中に設けられたポンプPが作動されて温調余備タンク内に補充タンク72から溶媒が補充される。そして温調余備タンク内の溶媒60の水位が所定の水位に達すると、そのことが水位センサ64により検知され、図示しない制御装置によりポンプPの作動が停止されて温調余備タンク62への溶媒の補充が停止される。

【0032】上述実施の形態によれば、溶媒蒸気発生部5でガス分散室57すなわち密閉容器30の温度よりも若干高い温度に加熱され、密閉容器内で飽和蒸気となるだけの量を含んだ蒸気が発生され、その蒸気がガス分散室57を介して密閉容器内に導入されるため、溶媒成分の蒸気はガス分散室内で冷却されて過飽和状態となり、溶媒成分の過飽和に相当する一部分が場合によっては結露して溶媒蒸気から除去されるので、密閉容器30の温度で溶媒成分が丁度飽和してなる蒸気が得られる。そしてその蒸気が密閉容器内に導入されるので、ゲル化処理中に塗布膜から有機溶媒が蒸発するのを防ぎながら、密閉容器内でウエハ表面に結露が生じるのが防止されるので、均一な膜厚の塗布膜、特にシリコン酸化膜等の層間絶縁膜が得られる。

【0033】また上述実施の形態によれば、ガス分散室57により溶媒成分の蒸気が分散されて密閉容器内に均一に導入されるため、より一層均一な膜厚の塗布膜、特にシリコン酸化膜等の層間絶縁膜が得られる。

【0034】さらに上述実施の形態によれば、温調余備タンク62から適宜バブリングタンク52に溶媒が補充されるので、バブリングタンク内の溶媒50の水位が常に高い位置で保持され、それによってバブリングにより生じた泡が溶媒50の中で十分に滞留するようになるとともに、温調余備タンク内の溶媒60もバブリングタンク内の溶媒50と同じ温度に加熱保持されるため、温調余備タンク62からバブリングタンク52内に溶媒が補充された場合にもバブリングタンク内の溶媒50の温度は常時密閉容器30の温度よりも若干高い温度に保持される。従ってガス分散室内にはそれよりも若干高い温度でしかも密閉容器内で飽和蒸気となる分の量を含む蒸気が常に導入され、ガス分散室57でその蒸気内の余分な溶媒成分が結露して除去されるので、常に密閉容器内にその密閉容器30の温度で溶媒成分が丁度飽和してなるあるいは飽和に近い蒸気が導入される。

【0035】以上において本発明は、上記実施の形態の構成に限らず、種々変更可能である。例えばバブリングタンク52及び温調余備タンク62を抵抗加熱式ヒータ等で囲繞することにより各タンク内の溶媒50、60を加熱するようにしてもよいし、温度センサ56、66は溶媒50、60の温度を検知できれば如何なる構成のものでよいし、加熱板31に開口するガス導入口36はスリット状に形成されていてもよい。また被処理基板としてはウエハに限らず液晶ディスプレイ用のガラス基板

であってもよい。

【0036】また図6に示すエージングユニット3Aのように、密閉容器30内に溶媒蒸気とともにアンモニアガスを供給するようにしてもよい。この場合には例えばアルカリ貯留タンク92に市販のアンモニア水90（おおよそ30wt%）を入れ、このアンモニア水中にアンモニアガス供給管93を介してアンモニアガスを吹き込むことによって、水蒸気を100%含んだアンモニアガスが生成される。そしてその100%の水蒸気を含んだアンモニアガスを配管91を介してガス供給路51に合流させればよい。その際ガス分散室57に導入される溶媒蒸気の温度を不用意に低下させないため、アルカリ貯留タンク内のアンモニア水90はヒータ95及び温度センサ96によりバブリングタンク52と同じ温度に加熱保持されており、アンモニアガスが溶媒蒸気と同じ温度でガス分散室57に供給されるようになっている。図6の構成によれば、アンモニアガスがアルカリ触媒としてTEOSに作用してゲル化を促進するため、より迅速にゲル化処理が終了し、スループットが向上する。

【0037】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、ゲル化処理中に塗布膜から溶媒が蒸発するのを防ぎながら、密閉容器内で被処理基板の表面に結露が生じるのが防止されるので、均一な膜厚の薄膜例えば層間絶縁膜を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る塗布膜処理装置を適用した塗布膜形成装置の一例の全体の概略構成を示す平面図である。

【図2】上記塗布膜形成装置を用いた塗布膜形成処理の流れを説明する説明図である。

【図3】上記塗布膜処理装置の一例を示す概略縦断面図である。

【図4】上記塗布膜処理装置の密閉容器の内部を示す平面図である。

【図5】上記塗布膜処理装置における貯留槽に溶媒を補充する様子を説明する模式図である。

【図6】上記塗布膜処理装置の他の例を示す概略縦断面図である。

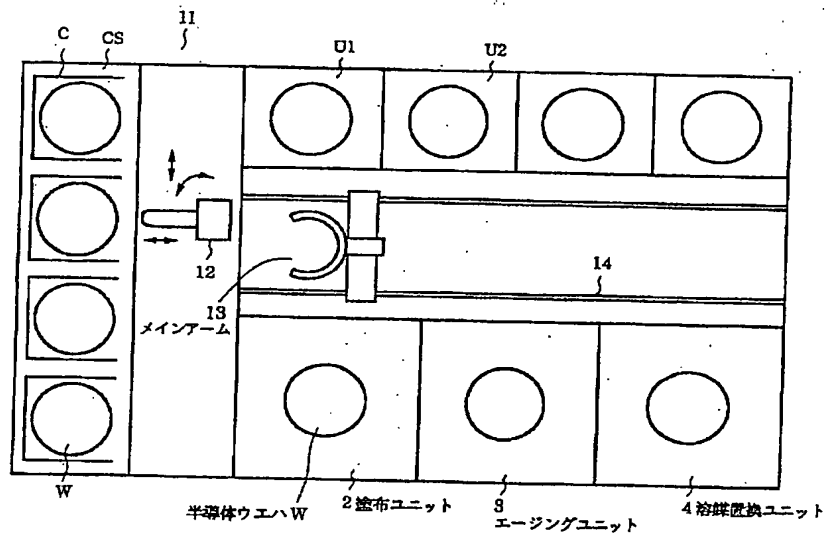
【図7】ゾルーゲル法における塗布膜の変性の様子を示す説明図である。

【符号の説明】

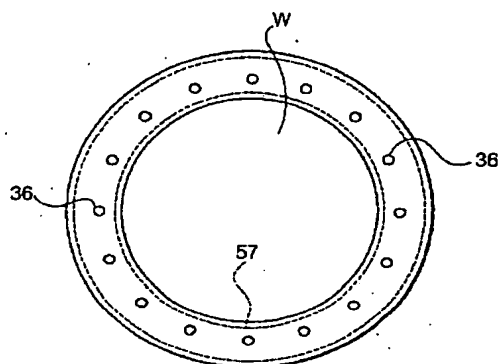
- F 塗布膜
- P ポンプ
- T 塗布液
- V 開閉バルブ
- W 半導体ウエハ（基板）
- 2 塗布ユニット
- 3, 3A エージングユニット（塗布膜処理装置）
- 30 密閉容器
- 31 加熱板

3 2	ヒータ	5 7	ガス分散室
3 3	蓋	6 1	連通部
3 4	シール部材	6 2	温調余備タンク (第 2 の貯留槽)
3 5	排気路	6 3, 7 3, 9 1	配管
3 6	ガス導入口	6 5	ヒータ (第 2 の温度調整手段)
3 7	昇降ピン	6 6	温度センサ (第 2 の温度調整手段)
5	溶媒蒸気発生部	7 2	補充タンク
5 0, 6 0, 7 0	溶媒 (エチレングリコール)	8 0	加圧部
5 1	ガス供給路	9 0	アンモニア水
5 2	バブリングタンク (第 1 の貯留槽)	10 9 2	アルカリ貯留タンク
5 3	バブリングガス供給管	9 3	アンモニアガス供給管
5 4, 6 4	水位センサ	9 5	ヒータ
5 5	ヒータ (第 1 の温度調整手段)	9 6	温度センサ
5 6	温度センサ (第 1 の温度調整手段)	4	溶媒置換ユニット

【図 1】

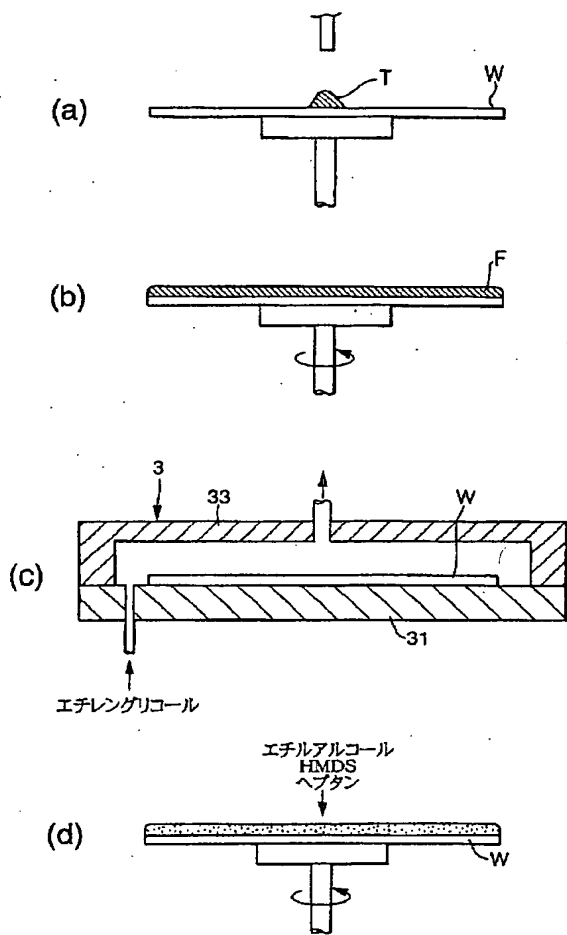


【図 4】

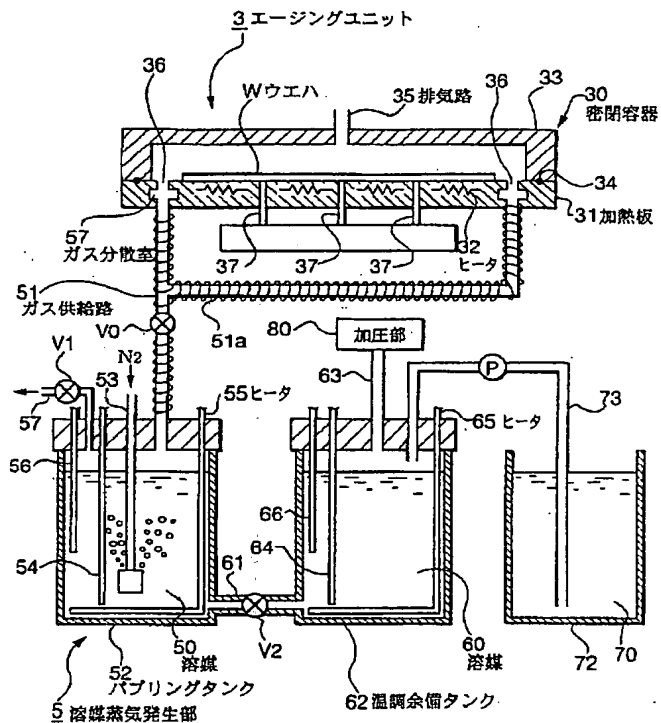




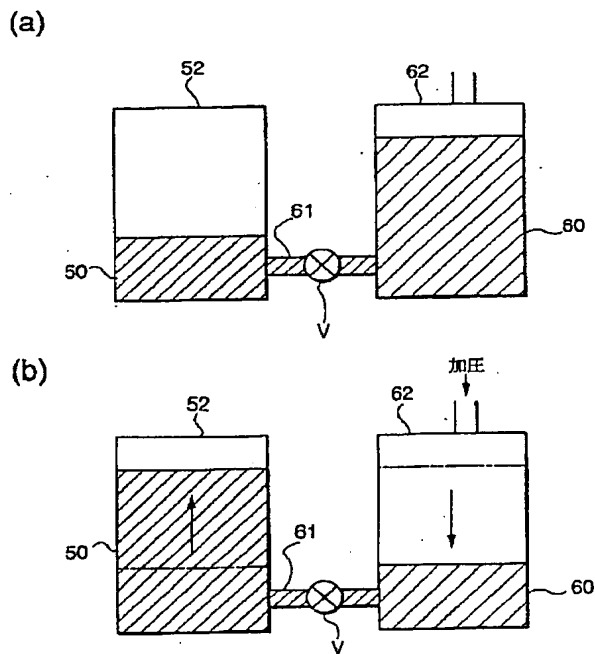
【圖 2】



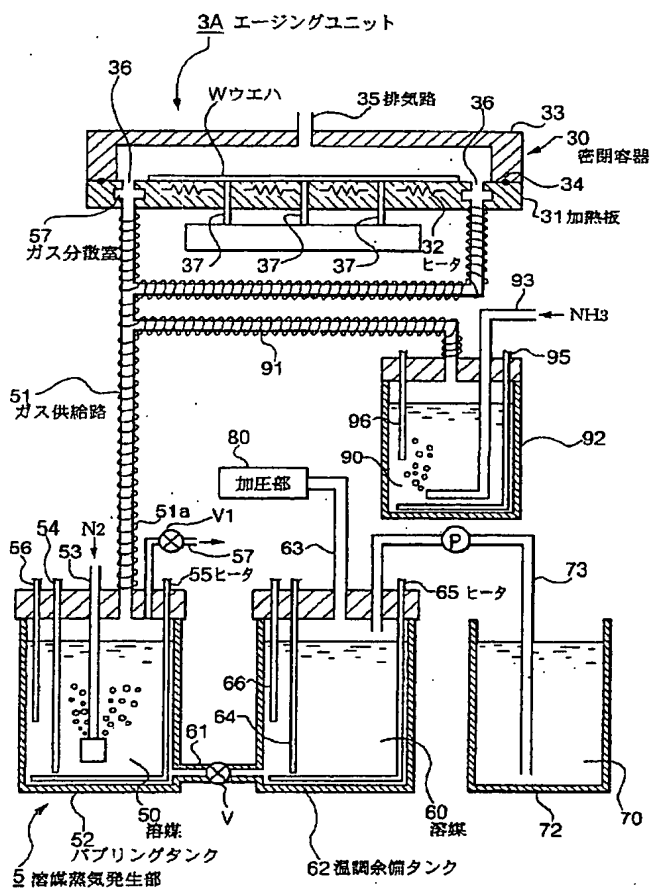
【図 3】



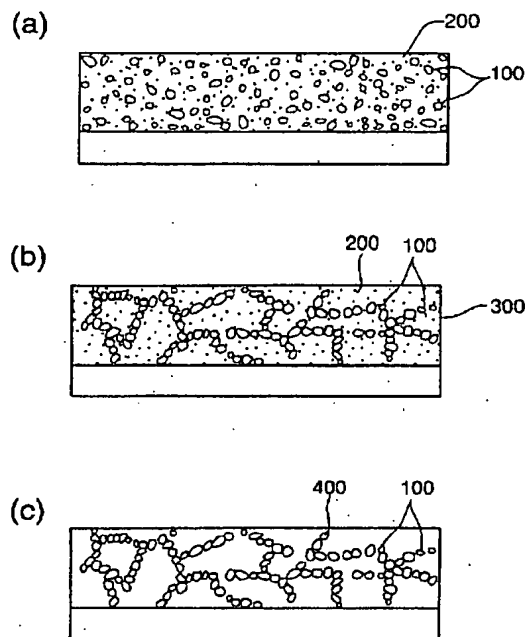
【図 5】



【図6】



【図7】



フロントページの続き

(72)発明者 水谷 洋二  
東京都港区赤坂五丁目3番6号 東京エレクトロン株式会社内